

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004 年 10 月 21 日 (21.10.2004)

PCT

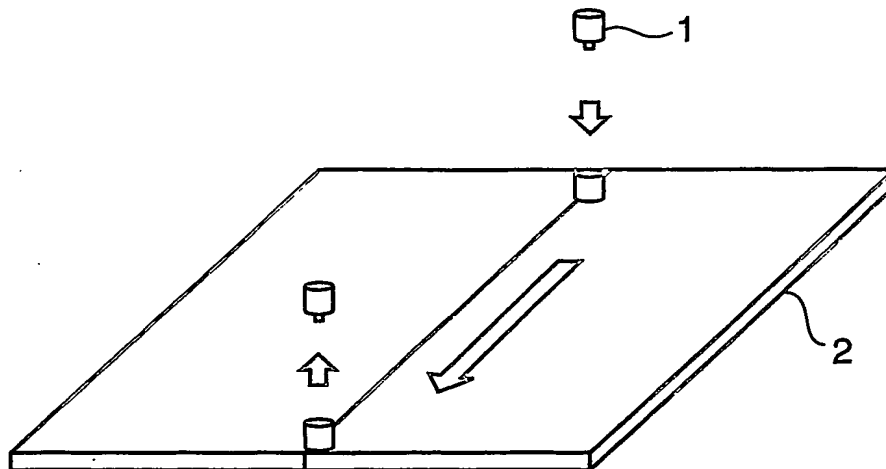
(10) 国際公開番号
WO 2004/090194 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C23C 14/34, B23K 20/12
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/003864
- (22) 国際出願日: 2004 年 3 月 22 日 (22.03.2004)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2003-100782 2003 年 4 月 3 日 (03.04.2003) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社コベルコ科研 (KOBELCO RESEARCH INSTITUTE, INC.) [JP/JP]; 〒6510073 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通1丁目5番1号 Hyogo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 松村 仁実 (MATSUMURA, Hiromi) [JP/JP]; 〒6768670 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸製鋼所 高砂製作所内 Hyogo (JP). 米田 陽一郎 (YONEDA, Yoichiro) [JP/JP]; 〒6768670 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸製鋼所 高砂製作所内 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 小谷 悦司, 外 (KOTANI, Etsuji et al.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島2丁目2番2号 ニチメンビル2階 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書

[続葉有]

(54) Title: SPUTTERING TARGET AND METHOD FOR PREPARATION THEREOF

(54) 発明の名称: スパッタリングターゲットおよびその製造方法



(57) Abstract: A sputtering target having been prepared by the butt joining of metal sheets having the same quality, characterized in that an intermetallic compound in a joined portion has an average particle 60 to 130 % that of the intermetallic compound in a non-joined portion. In the sputtering target, the particle diameter of an intermetallic compound in a joined portion is similar to that of the intermetallic compound in a non-joined portion.

(57) 要約: 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径の60~130%と、接合部と非接合部で金属間化合物の粒径がほぼ同程度であるスパッタリングターゲットを提供する。



2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

スパッタリングターゲットおよびその製造方法

技術分野

本発明は、スパッタリングターゲットおよびその製法に関するものであり、大型の液晶ディスプレイの製造等に使用できる特に大型のスパッタリングターゲットとその製法に関するものである。

背景技術

近年、液晶ディスプレイの大型化と低コスト化のため、液晶パネルメーカーでは、液晶ディスプレイに1 m角を超えるガラス基板を採用しており、将来的にはディスプレイの大型化が進んで、2 m角程度のガラス基板を使用することも検討されている。

ところで、液晶ディスプレイの配線膜はスパッタリング法で形成され、該スパッタリングには、一般にガラス基板より一回り大きなスパッタリングターゲット（以下、単に「ターゲット」ということがある）が用いられる。例えば、約1100×1250 mm角のガラス基板上に配線膜を形成する場合、サイズが約1431×1650 mmもの非常に大きなターゲットが使用される。

従来よりスパッタリングでは、放電異常等を生じることなく良好にスパッタリングを行うことができ、かつ成分組成や膜厚等の均一な皮膜を形成できることが要求されており、この様な要求を満足させるべく、使用するスパッタリングター

ゲットには、成分組成や金属組織等が均一であることが求められる。

スパッタリングターゲットの製造では、一般に金属材の製造方法として、溶解・鋳造法、粉末成形法、スプレイフォーミング法等が採用され、得られた金属材を加工して所定の形状にする方法として、HIP (hot isostatic pressing: 熱間静水圧加圧法)、鍛造、圧延、機械加工等の方法が組み合わせて用いられる。

しかし、大型のスパッタリングターゲットで成分組成等の均一なものを得ようとする場合、上記製造において装置の制約を受けたり、大型装置を用いて製造する場合に組織等が微細かつ均一にならないといった問題がある。

例えば、金属組織中に金属間化合物が存在するスパッタリングターゲットの場合、該金属間化合物が微細かつ均一に分散していることが好ましいが、この様な金属間化合物の微細・均一化は、金属材を溶解・鋳造法で製造する場合、熔融した金属材を一般に急冷することが必要となる。しかし、大型のターゲットを製造する場合には、溶解量が多すぎて急冷効果が十分に得られ難く金属間化合物の微細・均一化が困難となる。また、インゴットの大きさや形状等の製造装置の制限を受ける。

金属材を粉末法やスプレイフォーミング法で製造する場合には、その後にHIP処理を行って該金属材の緻密化を図る必要があるが、大型の金属材ではHIPの装置の制約を受け、成形できる金属材の大きさに限界があるといった問題もある。

従来においても、大型ターゲット（板厚：約6～20mm

m) を製造する試みがなされており、溶接棒を用いて 2 枚の金属板を溶接する方法が検討されてきた。また、溶接棒を用いずに行う溶接法として、電子ビーム溶接法やレーザー溶接法などが検討されてきた。

しかしこれらの方法では、溶接ガスの巻き込みや、金属板表面に形成された酸化物の巻き込みによる欠陥が発生したり、接合部分が溶融・凝固して結晶粒組織が非溶融部分より粗大化するため、スパッタリングに用いたときにアーキングが生ずるといった問題がある。また上記方法では、結晶粒の粗大化と同時に結晶配向の大きな変化も生じるが、このような結晶配向の不均一なターゲットをスパッタリングに用いると、スパッタリング速度が変化して膜厚が安定しないという問題もある。

ところで金属材を接合する方法として、上記溶接法の他に摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding) 法がある。例えば「アルミニウム合金摩擦攪拌接合部の酸化物の挙動及びその機械的特性に及ぼす影響」(溶接学会論文集 平成 13 年 8 月 第 19 巻 第 3 号 p.446-456) には、この方法が、回転ツールと接合材との回転摩擦熱と塑性流動によってアルミニウム合金をその融点以下で接合する方法であることが示されている。また該文献には、接合材表面の酸化膜が接合部内に巻き込まれやすいことに鑑みて、酸化物が接合部の機械的特性に及ぼす影響を知るべく、接合部の引張試験や曲げ疲労試験等を行って機械的特性を調べた結果が示されている。

「応用拡大する F S W」(溶接技術、2002 年 6 月 p.67-78) には、摩擦攪拌接合法が、船舶・海洋構造物、鉄道車両、

宇宙航空分野等で適用されており、従来の上記溶接法では成し得なかった接合部における機械的強度を確保できた旨示されている。

これらの文献では、接合材を、上記船舶・海洋構造物、鉄道車両、宇宙航空分野等で構造部材として用いるべく、接合部の機械的特性の向上について検討されているが、放電異常等を生じることなく良好にスパッタリングを行うことができ、かつ成分組成や膜厚等の均一な皮膜を形成できることの要求されるスパッタリングターゲットを対象としたものでない。従って、上記摩擦攪拌接合法をスパッタリングターゲットの製造に適用するには更なる検討を要すると考えられる。

本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであって、その目的は、同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、大型のスパッタリングターゲットに適用する場合であっても、金属結晶や金属間化合物の粒径・分散状態が、接合部と非接合部でほぼ同等であるスパッタリングターゲットを提供することにある。

発明の開示

上記目的を解決することのできた本発明に係るスパッタリングターゲットとは、同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、下記①～④の特徴を有するものである。

① 接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径の60～130%であること、

② 接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平

均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離の60～130%であること、

③接合部における金属結晶粒径の平均値が、非接合部における金属結晶粒径の平均値の20～500%であること、

④接合部にデンドライド組織が生じていないこと。

本発明のスパッタリングターゲットの材質として、アルミニウム、アルミニウム合金、銅、銅合金、銀および銀合金よりなる群から選択される1種が挙げられる。また本発明のスパッタリングターゲットは、平面部のサイズが1 m²以上の大型ターゲットに適用すると、本発明の効果を存分に発揮できる。

本発明は、スパッタリングターゲットの製造方法も規定するものであって、該方法は、摩擦攪拌接合法により同質の金属材を接合するところに特徴を有する。接合は、回転ツールの移動距離を1回転あたり0.3～0.45 mmにして行うのがよく、また接合後に焼鈍を行うことを好ましい実施形態とする。更に本発明では、スプレイフォーミング法で製造した金属材を用いると、成分組成等の均一なスパッタリングターゲットが得られ易いので好ましい。本発明は、この様にして得られるスパッタリングターゲットも含む。

図面の簡単な説明

図1は、実施例で行った摩擦攪拌接合法を示した概略斜視図である。

図2は、実施例で用いた回転ツールを示した概略断面図である。

図 3 は、接合後の被接合材（金属板）の状態を模式的に示した断面図である。

発明を実施するための最良の形態

本発明者らは、前述した様な状況の下で、同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、特に大型のスパッタリングターゲットに適用した場合であっても、スパッタリング時に良好なスパッタリング性（放電異常等が生じないこと）を発揮し、かつ形成される皮膜の膜厚等が均一となるよう、該ターゲットの接合部と非接合部における金属結晶や金属間化合物の粒径や分散状態について調べた。その結果、下記①～④の要件を満たすようにすればよいことを見出し、本発明に想到した。

① 金属組織中に金属間化合物の存在するターゲットの場合、接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径の 60～130%であることを要件とする。

接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径に対し 130%を超える場合には、接合部に大きなサイズの金属間化合物が存在し、スパッタリング時に膜厚のバラツキが大きくなる等の問題が生じて好ましくないからである。前記接合部の金属間化合物の平均粒径は、好ましくは非接合部の金属間化合物の平均粒径の 120%以下であるのがよい。より好ましくは 110%以下である。

また、接合部の金属間化合物のサイズが非接合部の金属間化合物より小さすぎても、上記の様な問題が生じることから、前記接合部の金属間化合物の平均粒径は、非接合部の金属間

化合物の平均粒径の60%以上とする。好ましくは70%以上、より好ましくは80%以上であり、接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径と同一である(100%)ことを最も好ましい形態とする。

②金属組織中に金属間化合物の存在するターゲットの場合、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離の60～130%であることを要件とする。

接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離に対して130%を超えると、金属間化合物が疎らに存在した状態となる。このような組織を有するターゲットを用いると、得られる皮膜の膜厚のバラツキが大きくなり、また成分組成も均一でなくなるといった問題が生じ易いからである。接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離は、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離に対して120%以下であることが好ましい。より好ましくは110%以下である。

また、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離と比べて小さすぎても、上記の様な問題が生じることから、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離は、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離の60%以上となるようにする。好ましくは70%以上であり、より好ましくは75%以上である。接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の

金属間化合物の平均粒径と同一である（１００％）場合を最も好ましい形態とする。

③金属組織中に金属間化合物の存在しないターゲットの場合、接合部における金属結晶粒径の平均値が、非接合部における金属結晶粒径の平均値の２０～５００％であることを要件とする。

接合部における金属結晶粒径の平均値が、非接合部における金属結晶粒径の平均値に対して５００％を超えると、非接合部よりも接合部の金属結晶が非常に粗大化した状態となり、この様なターゲットをスパッタリングに使用すると、スパッタリング速度が変化して膜厚が安定しない等の問題が生じるからである。接合部における金属結晶粒径の平均値は、非接合部における金属結晶粒径の平均値に対して２５０％以下であることが好ましい。より好ましくは２００％以下である。

また、接合部における金属結晶粒径が、非接合部における金属結晶粒径より小さすぎても上記の様な問題が生じることから、接合部における金属結晶粒径の平均値は、非接合部における金属結晶粒径の平均値に対して２０％以上となるようにする。好ましくは４０％以上であり、より好ましくは５０％以上である。接合部における金属結晶粒径の平均値は、非接合部における金属結晶粒径の平均値と同一である（１００％）ことを最も好ましい形態とする。

④金属組織中の金属間化合物の有無に関係なく、接合部にデンドライド組織が生じていないことを要件とする。

金属板の端面を突き合わせて接合する場合、従来の溶接法では、一旦接合部が熔融して凝固する際にデンドライド組織

が生じ易いが、このような組織を有するターゲットをスパッタリングに用いると、得られる皮膜の膜厚がバラツキ易く、また成分組成が不均一となるといった問題が生じるので好ましくない。

本発明のスパッタリングターゲットは、アルミニウム、アルミニウム合金、銅、銅合金、銀および銀合金よりなる群から選択される１種からなるものが挙げられ、アルミニウム合金、銅合金、銀合金として、耐熱性、耐腐食性等の効果を付与すべく、遷移金属元素、Nd等の希土類元素、Bi等の元素を、それぞれアルミニウム、銅または銀に添加したものが挙げられる。

また平面部のサイズが 1 m^2 以上の大型のターゲットとして用いれば、本発明の効果が存分に発揮される。該ターゲットの形状としては、平面部が正方形、長方形、円状、楕円状等である板状のものが挙げられる。

同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部の金属間化合物の粒径・分散状態や金属結晶粒径が、非接合部とほぼ同等であるターゲットを得るには、接合に摩擦攪拌接合法を採用することが大変有効である。該方法では、従来の溶接法と異なり、上述の通り接合時に接合部分が溶融せず、溶融温度よりも低温で塑性流動が生じるだけであるので、接合部の金属結晶の粗大化が抑制され、また金属間化合物が存在する場合には、該金属間化合物の粗大化が抑制されて、非接合部と同等の金属組織を確保できるものと考えられる。

摩擦攪拌接合は、具体的に、例えば後述する図１に示すよ

うに、被接合材 2 より硬い材質からなる回転ツール 1 を、非接合材の突合せ部分にねじ込み、回転ツール 1 を回転させながら非接合材 2 の突合せ部分（接合ライン）を移動させることによって、摩擦熱が生じ、該摩擦熱により回転ツール 1 周辺部の金属が軟化して塑性流動が生じ接合することができる。

上記摩擦攪拌接合の条件として、接合時に使用する回転ツールの移動距離は、1 回転あたり 0.3 ～ 0.45 mm とすることが望ましい。該回転ツールの 1 回転あたりの移動距離が短すぎる、即ち、回転ツールの進行速度が遅く同一領域での攪拌が過剰になると、塑性流動領域の温度が上昇して該領域の外側に組織変性部分が生じるので好ましくない。他方、回転ツールの 1 回転あたりの移動距離が長い、即ち、回転ツールの進行速度が早いと、回転ツールに負荷がかかり過ぎて加工ムラが生じるため好ましくない。

前記回転ツールとして、後述する図 2 の様な形状のものをを使用する場合には、ショルダー 6 部分が進行方向とは逆方向に倒れるよう被接合材（金属板）2 の平面に対し回転ツール 1 を 3 ～ 5° の範囲で傾斜させて接合するのが好ましい。また被接合材 2 間の隙間を 0.03 mm 以下にして接合するのが好ましい。

接合時に回転ツールの通過した摩擦攪拌部では、塑性流動により結晶配向が変化するため、スパッタリング後の表面には明瞭な攪拌痕が生じる。従って、平坦で外観の美しいターゲットを得るには、接合後に焼鈍を行って、塑性流動で強加工の加わった領域を再結晶化させ、塑性流動領域の極端な結晶配向の変化を緩和させて攪拌痕を除去するのがよい。該焼

鈍は、再結晶化促進および結晶粒粗大化防止の観点から、例えば、ターゲットが純Alからなる場合には200～300℃、Al合金の場合には250～500℃、純銀の場合には400～500℃、銀合金の場合には450～700℃、純銅の場合には400～550℃、銅合金の場合には450～750℃の範囲で行うのが好ましい。また、上記痕跡が十分に除去するには焼鈍時間を2時間以上とするのが好ましいが、長すぎると結晶粒が粗大化するため5時間以下に抑えるのがよい。

スパッタリングターゲットの製造に用いる金属材は、スプレイフォーミング法で製造すれば、鑄造法や粉末法で得られる金属材より成分組成等の均一なものとなるので好ましい。上記スプレイフォーミング法の一例として、直径数mmのノズルから溶解した材料を滴下させ、その滴下途中で例えばN₂ガスを吹き付けて材料を粉末化させ、該粉末状の材料が完全に凝固しないうちにプリフォームといわれる中間素材（密度：約50～60%）を成形する方法が挙げられる。

本発明は、上記以外のHIP、鍛造、圧延等のその他の製造工程の条件まで規定するものでなく、これらについては一般的な条件を採用することができる。スパッタリングターゲットを製造する方法としては、例えば、上記スプレイフォーミング法で製造した金属材をHIP装置で緻密化した後、鍛造して板状の金属材とし、更に板厚がほぼターゲットと同程度となるよう圧延し、その後に、同様に製造した金属板2枚を突き合わせて、上記の通り摩擦攪拌接合法で接合する方法が挙げられる。この様な方法であれば、大型のターゲットで

あっても装置等の制限を受けることなく、金属結晶や金属間化合物の粒径・分散状態の均一なターゲットを製造することができる。

実施例

以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に含まれる。

<実施例 1>

[本発明例①のターゲットの製造]

A1-2at%Nd合金材をスプレイフォーミング法で製造した後、該合金材を、高温高圧でプレスして緻密化し、その後鍛造および圧延を行って、板厚13.5mm×730mm×1710mmの金属板を得た。同様のサイズの金属板を2枚用意し、図1に示すように、1710mm長さの辺を突き合わせて摩擦攪拌接合を行った。

摩擦攪拌接合は次の様にして行った。即ち、接合には回転ツール1として、図2に示す通り、大径部3の直径が10mmで、小径部4の直径が8mmで、回転ツール長さ5が125mmで、ショルダー6の直径が20mmのものを用了。

接合は、ショルダー6部分が進行方向とは逆方向に倒れるよう被接合材（金属板）2の平面に対し回転ツール1を4°傾斜させて、2枚の被接合材（金属板）2の突合せ部分にねじ込み、この回転ツール1を回転させながら非接合材2の該

突合せ部分を図 1 に示す様に移動させた。

回転ツール 1 の回転数は 1 0 0 0 r p m とし、回転ツール 1 の移動速度は 4 0 0 m m / 分にした (よって回転ツール 1 回転当たりの移動距離は 0 . 4 m m となる)。また図 3 に示すように、板厚 1 3 . 5 m m に対して、塑性流動部 7 の深さが約 1 3 m m で接合残りが約 0 . 5 m m となるように回転ツール 1 の高さを調節した。

尚、接合後の板寸法は、厚さ 1 3 . 5 m m × 1 4 6 0 m m × 1 7 1 0 m m となるが、前記回転ツール 1 を挿入した部分 (接合開始部分) と引き抜いた部分 (接合終了部分) は、過加熱加工領域であり製品として使用できないので、接合後の金属板の有効サイズは、厚さ 1 3 . 5 m m × 1 4 6 0 m m × 約 1 6 8 0 m m となる。

次に接合した金属板を熱処理炉で 4 5 0 ℃ × 2 時間焼鈍したものと該焼鈍を行わないものを用意し、接合側の表面を深さ 1 m m 、接合残りのある表面を深さ 2 . 5 m m までそれぞれ削って、板厚約 1 0 m m のターゲットを得た。

[本発明例①のターゲットの組織観察]

得られたターゲット (焼鈍を行ったもの) の表面 (接合側) を電子顕微鏡で観察し、1 視野において、該表面の非接合部で 3 0 個、接合部で 3 0 個の 1 μ m 以上の金属間化合物の粒径と、1 μ m 以上の金属間化合物の最近接距離を測定してそれぞれの平均値を求めた。その結果を表 1 に示す。

表 1

| No. | 本発明例① | | | | 比較例① | |
|-----|-------------------------------|---|-------------------------------|---|-------------------------------|---|
| | 非接合部 | | 接合部 | | 溶解部 | |
| | 金属間化合物 粒径(μm) | 最近接 金属間化合物 までの距離(μm) | 金属間化合物 粒径(μm) | 最近接 金属間化合物 までの距離(μm) | 金属間化合物 粒径(μm) | 最近接 金属間化合物 までの距離(μm) |
| 1 | 1.75 | 10.25 | 1.25 | 1.25 | 93.9 | 81.8 |
| 2 | 2 | 3.75 | 1.5 | 1.25 | 21.2 | 51.5 |
| 3 | 1.25 | 4.25 | 1.25 | 8.5 | 61 | 24.2 |
| 4 | 1.75 | 6.25 | 1.5 | 5.25 | 12.1 | 21.2 |
| 5 | 1.25 | 5.75 | 1.5 | 5.25 | 139.4 | 30.3 |
| 6 | 2.25 | 5.75 | 1.5 | 1.75 | 21.2 | 30.3 |
| 7 | 1.5 | 5.75 | 1.25 | 1.75 | 21.2 | 45.5 |
| 8 | 1.5 | 2.75 | 1 | 4 | 24.2 | 30.3 |
| 9 | 1 | 5.75 | 1 | 1.75 | 66.7 | 30.3 |
| 10 | 1.5 | 1 | 1.5 | 1.75 | 9.1 | 18.2 |
| 11 | 1.25 | 1 | 1.25 | 3 | 15.2 | 18.2 |
| 12 | 1.25 | 1.75 | 1 | 3 | 24.2 | 33.3 |
| 13 | 1.75 | 1.75 | 1 | 1.75 | 15.2 | 30.3 |
| 14 | 1.25 | 4.75 | 1.5 | 1.75 | 30.3 | 24.2 |
| 15 | 1.5 | 4 | 1.75 | 2.75 | 24.2 | 33.3 |
| 16 | 1.5 | 4 | 1 | 1.5 | 51.5 | 24.2 |
| 17 | 1.25 | 1.5 | 1.75 | 1.5 | 27.3 | 15.2 |
| 18 | 1.5 | 1.5 | 1.25 | 2.75 | 30.3 | 15.2 |
| 19 | 1.5 | 4.75 | 1.5 | 4.5 | 24.2 | 18.2 |
| 20 | 1.5 | 4.5 | 1 | 1 | 21.2 | 30.3 |
| 21 | 1.5 | 4.5 | 1 | 1 | 15.2 | 33.3 |
| 22 | 1.5 | 5 | 1.25 | 2.75 | 18.2 | 30.3 |
| 23 | 1.5 | 2.25 | 1.5 | 2.75 | 24.2 | 27.3 |
| 24 | 1.25 | 1 | 1.25 | 3.25 | 15.2 | 27.3 |
| 25 | 1.25 | 8 | 1 | 3.25 | 45.5 | 27.3 |
| 26 | 1.5 | 3.25 | 1.25 | 11.25 | 21.2 | 26.7 |
| 27 | 2 | 8.25 | 1.25 | 3.25 | 24.2 | 18.2 |
| 28 | 1.5 | 11.5 | 1.5 | 7.75 | 15.2 | 15.2 |
| 29 | 1.25 | 1.75 | 1 | 3 | 15.2 | 24.2 |
| 30 | 1.5 | 1.75 | 1 | 3.5 | 51.5 | 33.3 |
| 平均 | 1.5 | 4.3 | 1.3 | 3.3 | 32.6 | 29 |

表 1 に示す通り、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物の平均粒径は、非接合部では $1.5\text{ }\mu\text{m}$ であるのに対し、接合部では $1.3\text{ }\mu\text{m}$ であり、接合部の金属間化合物の平均粒径は、非接合部の金属間化合物の平均粒径の 87% であった。

また $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物間の平均距離は、非接合部では $4.3\text{ }\mu\text{m}$ であるのに対し、接合部では $3.3\text{ }\mu\text{m}$ であり、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離は、非接合部の該平均距離の 77% であった。

これらの結果から、接合部における金属間化合物の平均粒径および金属間化合物間の平均距離は、ともに非接合部とほぼ同程度であることがわかる。

〔本発明例①のターゲットを用いたスパッタリング実験〕

前記焼鈍を行ったターゲットと該処理を行わなかったターゲットを用いて、スパッタリングを行い、スパッタリング後のターゲットの表面状態を確認した。スパッタリングは、DC マグネトロンスパッタ装置を用いて行い、Ar ガス圧を 2 mTorr とし、パワー（電力）密度を 6.4 W/cm^2 とし、基板－ターゲット間の距離を 62 mm にして実施した。このような条件でスパッタリングを 3 時間行った後、使用したターゲットの表面を目視で観察した。その結果、焼鈍を実施したターゲットでは、焼鈍を実施しなかったターゲットよりも回転ツールの痕跡が緩和されていることを確認した。

またスパッタリングの安定性を評価すべく、異常放電のカウントを測定したところ、後述する比較例①よりも異常放電のカウントが少なかった。更に本発明のターゲットを用いて形成した皮膜は、膜厚のバラツキが平均値 $\pm 3\%$ の範囲内に収

まり膜厚のほぼ均一なものが得られた。

[比較例①のターゲットの製造]

接合を電子ビーム（E B）溶接で行う以外は、焼鈍も含めて上記実施例 1 と同様にしてスパッタリングターゲットを製造した。E B 溶接は、真空度を 1×10^{-4} Torr とし、直径 4 mm の陰極を用い、加速電圧を 60 kV、ビーム電流を 75 mA、溶接速度を 400 mm/分にして行った。

[比較例①のターゲットの組織観察]

このように電子ビーム溶接で接合して得たスパッタリングターゲット（焼鈍を行ったもの）の表面（接合側）を前記本発明例①と同様に電子顕微鏡で観察して、1 μ m 以上の金属間化合物の粒径と、1 μ m 以上の金属間化合物の最近接距離の平均値を求めた。その結果を表 1 に併記する。

表 1 より、1 μ m 以上の金属間化合物の平均粒径は、非接合部では 1.5 μ m であるのに対し接合部（溶解部）では 32.6 μ m であり、接合部（溶解部）の金属間化合物の平均粒径は、非接合部の金属間化合物の平均粒径の 20 倍（2000%）を超えており、粗大化が著しく進んでいることがわかる。

また 1 μ m 以上の金属間化合物間の平均距離は、非接合部で 4.3 μ m であるのに対し、接合部（溶解部）では 29 μ m であり、接合部（溶解部）において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離は、非接合部の該平均距離の 674%と著しく疎らになっていることがわかる。また、接合部（溶解部）の組織の一部がデンドライド組織となっていることを確認した。

[比較例①のターゲットを用いたスパッタリング実験]

スパッタリングの安定性を評価すべく、異常放電のカウントを測定したところ、上記本発明例①と同じ積算放電電力量では、異常放電のカウントが上記本発明例①よりも多くなった。その理由として、比較例①のターゲットは、金属間化合物が粗大化しているためターゲットの表面状態の凹凸が大きくなっていることが考えられる。

また比較例①のターゲットを用いて形成した皮膜は、膜厚のパラッキが平均値±5%と本発明例①より膜厚のばらつく結果となった。

<実施例 2>

[本発明例②のターゲットの製造]

次に金属間化合物の析出しない材料を用いてターゲットを製造した。実験では、溶解・鑄造法でAg-1at%Bi-0.9at%Cu合金材を製造し、鍛造、圧延を行って板厚11mm×650mm×1180mmの接合用の金属板を得た。前記図1と同様に金属板2枚を1180mm長さの辺で突き合わせて、前記実施例1と同様の条件で摩擦攪拌接合を行った。

尚、接合後の板寸法は、板厚13.5mm×1180mm×1300mmとなるが、前記回転ツール1を挿入した部分（接合開始部分）と引き抜いた部分（接合終了部分）は、製品として使用できないので、接合後の金属板の有効サイズは、厚さ13.5mm×1180mm×約1270mmとなる。

そして、接合した金属板を熱処理炉で450℃×2時間焼鈍したものと該焼鈍を行わないものを用意し、接合側の金属板表面から深さ1mmまでと、接合残りのある金属表面から深

さ 2 . 5 m m までを削って、板厚約 1 0 m m のターゲットを得た。

〔本発明例②のターゲットの組織観察〕

得られたターゲット（焼鈍を行ったもの）の表面（接合側）を電子顕微鏡で観察し、該表面の非接合部で 3 0 個、接合部で 3 0 個の各金属結晶の長軸長さと短軸長さを測定してその平均を結晶粒径とした。その結果を表 2 に示す。

表 2

| No. | 本 発 明 例 ② | | 比 較 例 ② |
|-----|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| | 非 接 合 部 | 接 合 部 | 溶 解 部 |
| | 結 晶 粒 径 (μm) | 結 晶 粒 径 (μm) | 結 晶 粒 径 (μm) |
| 1 | 31.6 | 135 | 925 |
| 2 | 50 | 140 | 1295 |
| 3 | 48.7 | 65.6 | 1203 |
| 4 | 63.1 | 124 | 879 |
| 5 | 36.8 | 141 | 463 |
| 6 | 55.2 | 57 | 1249 |
| 7 | 43.4 | 113 | 786 |
| 8 | 68.4 | 110 | 1008 |
| 9 | 52.6 | 91.2 | 749 |
| 10 | 42.1 | 102 | 867 |
| 11 | 73.6 | 104 | 348 |
| 12 | 50 | 71.3 | 888 |
| 13 | 51.3 | 89.8 | 1036 |
| 14 | 65.8 | 162 | 1129 |
| 15 | 52.6 | 102 | 944 |
| 16 | 73.6 | 107 | 1055 |
| 17 | 44.7 | 150 | 759 |
| 18 | 57.9 | 74.8 | 490 |
| 19 | 50 | 77 | 592 |
| 20 | 23.7 | 110 | 833 |
| 21 | 34.2 | 75.5 | 1064 |
| 22 | 21 | 147 | 842 |
| 23 | 36.8 | 152 | 666 |
| 24 | 44.7 | 81.2 | 676 |
| 25 | 55.2 | 117 | 574 |
| 26 | 27.6 | 101 | 786 |
| 27 | 35.5 | 145 | 944 |
| 28 | 26.3 | 72.8 | 916 |
| 29 | 44.7 | 69.8 | 1101 |
| 30 | 27.6 | 123 | 638 |
| 平均 | 46.3 | 107 | 856.8 |

表 2 に示す通り、金属結晶粒径の平均値は、非接合部では $46.3 \mu\text{m}$ であるのに対し、接合部では $107 \mu\text{m}$ であった。よって接合部の金属結晶粒径の平均値は、非接合部の該平均値の 231% であり、後述する比較例②と比べると粗大化が抑制されていることがわかる。

〔本発明例②のターゲットを用いたスパッタリング実験〕

スパッタリングの安定性を評価すべく、異常放電のカウントを測定したところ、下記比較例②と同じ積算放電電力量では、異常放電のカウントが比較例②より少なかった。更に本発明のターゲットを用いてスパッタリングを行うと、形成された皮膜は、膜厚のバラツキが平均値 $\pm 5\%$ となり、後述する比較例②の場合よりも膜厚の均一なものが得られた。

〔比較例②のターゲットの製造〕

接合を電子ビーム (EB) 溶接で行う以外は、上記本発明例②と同様にしてスパッタリングターゲットを製造し、また EB 溶接は、上記比較例①と同様の条件で行った。

〔比較例②のターゲットの組織観察〕

得られたターゲット (焼鈍を行ったもの) の表面 (接合側) を上記本発明例②と同様に電子顕微鏡で観察して、各金属結晶の長軸長さと短軸長さを測定してその平均を結晶粒径とした。その結果を表 2 に併記する。

表 2 より、金属結晶粒径の平均値は、非接合部では $46.3 \mu\text{m}$ であるのに対し、接合部 (溶解部) では $857 \mu\text{m}$ であり、接合部 (溶解部) の金属結晶粒径の平均値は、非接合部の該平均値の 20 倍近くあり (1851%)、粗大化が著しく進んでいることがわかる。

〔比較例②のターゲットを用いたスパッタリング実験〕

スパッタリングの安定性を評価すべく、異常放電のカウントを測定したところ、上記本発明例②と同じ積算放電電力量では、異常放電のカウントが本発明例②よりも多くなった。その理由として、比較例②のターゲットは、結晶粒が粗大化しているため、ターゲットの表面状態の凹凸が大きくなり、これが原因で異常放電が増加したものと考えられる。

また比較例②のターゲットを用いて形成した皮膜は、膜厚のバラツキが平均値 $\pm 10\%$ となり、上記本発明例②と比較してバラツキが大きくなった。

産業上の利用可能性

本発明は上記のように構成されており、同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、大型のスパッタリングターゲットに適用する場合であっても、接合部と非接合部で、金属結晶や金属間化合物の粒径・分散状態がほぼ同等のスパッタリングターゲットを提供できることとなった。

この様な組織の均一な大型のスパッタリングターゲットの実現により、高性能の大型液晶ディスプレイを製造することができる。

請求の範囲

1. 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部の金属間化合物の平均粒径が、非接合部の金属間化合物の平均粒径の60～130%であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

2. 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離が、非接合部において隣り合って存在する金属間化合物間の平均距離の60～130%であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

3. 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部における金属結晶粒径の平均値が、非接合部における金属結晶粒径の平均値の20～500%であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

4. 同質の金属板を突合せ接合して得られるスパッタリングターゲットであって、接合部にデンドライド組織が生じていないことを特徴とするスパッタリングターゲット。

5. アルミニウム、アルミニウム合金、銅、銅合金、銀および銀合金よりなる群から選択される1種からなる請求項1～4のいずれかに記載のスパッタリングターゲット。

6. 平面部のサイズが1 m²以上である請求項1～4のいずれかに記載のスパッタリングターゲット。

7. 摩擦攪拌接合法により同質の金属材を接合することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。

8. 回転ツールの移動距離を1回転あたり0.3～0.45

m mにして接合を行う請求項 7 に記載のスパッタリングターゲットの製造方法。

9. 前記接合後に焼鈍を行う請求項 7 に記載のスパッタリングターゲットの製造方法。

10. スプレイフォーミング法で製造した金属材を用いる請求項 7 に記載のスパッタリングターゲットの製造方法。

11. 請求項 7 ～ 10 のいずれかに記載の方法で得られるスパッタリングターゲット。

図 1

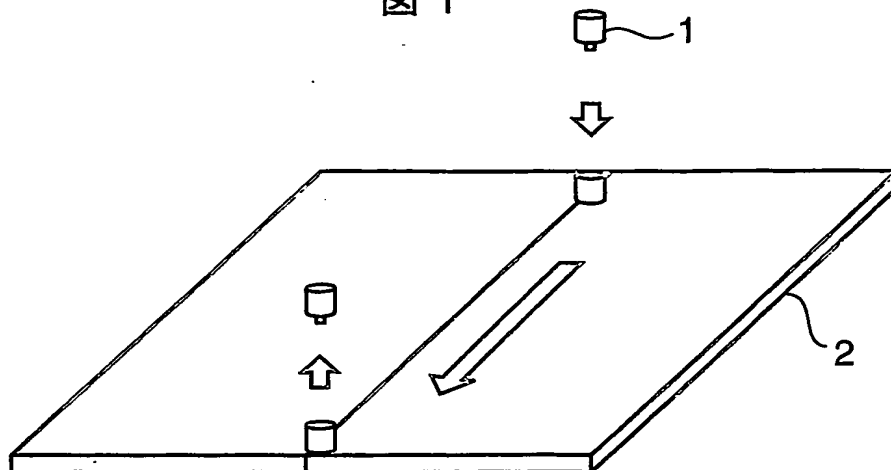


図 2

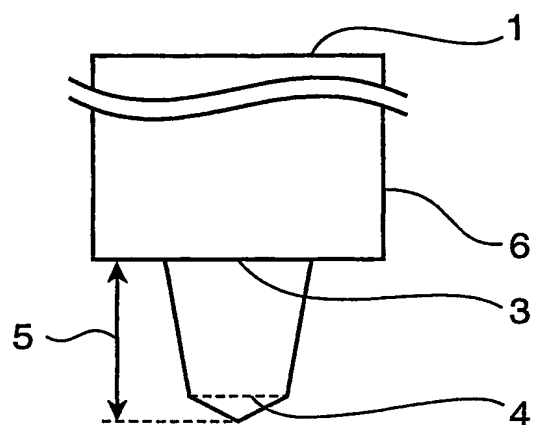
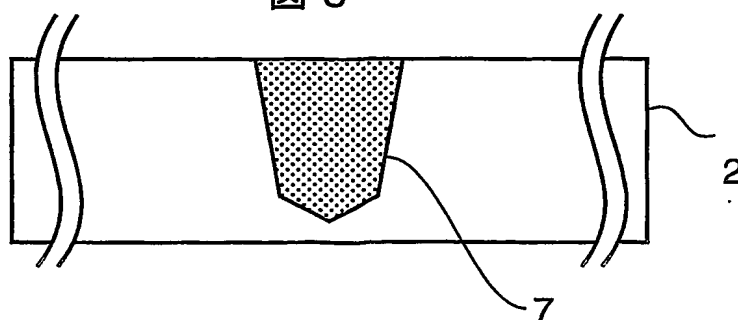


図 3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/003864

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C23C14/34, B23K20/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C23C14/34, B23K20/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

| | | | |
|---------------------------|-----------|----------------------------|-----------|
| Jitsuyo Shinan Koho | 1922-1996 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-2004 |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-2004 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-2004 |

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JOIS, SCIENCE DIRECT

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT.

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| X | JP 07-062528 A (Toshiba Corp.), | 1-6 |
| Y | 07 March, 1995 (07.03.95), Claims (Family: none) | 1-11 |
| Y | JP 11-061393 A (Tanaka Kikinzoku Kogyo Kabushiki Kaisha), 05 March, 1999 (05.03.99), Claims (Family: none) | 1-11 |
| Y | JP 04-333565 A (Mitsubishi Materials Corp.), 20 November, 1992 (20.11.92), Claims (Family: none) | 1-11 |

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
02 June, 2004 (02.06.04)Date of mailing of the international search report
22 June, 2004 (22.06.04)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/003864

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| Y | JP 11-010363 A (Sumitomo Light Metal Industries, Ltd.), 19 January, 1999 (19.01.99), Par. No. [0006] (Family: none) | 1-11 |
| Y | JP 2003-025078 A (Dowa Mining Co., Ltd.), 28 January, 2003 (28.01.03), Full text (Family: none) | 9 |
| Y | JP 11-315373 A (Kobe Steel, Ltd.), 16 November, 1999 (16.11.99), Claims | 10 |
| A | JP 09-508073 A (The Welding Institute), 19 August, 1997 (19.08.97), Full text & EP 752926 B1 & US 5813592 A | 1-11 |
| A | JP 07-505090 A (The Welding Institute), 08 June, 1995 (08.06.95), Full text & EP 615480 B1 & US 5460317 A | 1-11 |
| A | JP 2002-248584 A (Hitachi, Ltd.), 03 September, 2002 (03.09.02), Full text (Family: none) | 1-11 |
| A | G.LIU. et al., Microstructural aspects of the frictionstir welding of 6061-T6 aluminum, SCRIPTA MATERIALIA, 1997, Vol.37, No.3, pages 355 to 361 | 1-11 |
| A | C.G. RHODES, et al., Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum, SCRIPTA MATERIALIA, 1997, Vol.36, No.1, pages 69 to 75 | 1-11 |

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl¹ C23C14/34, B23K20/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl¹ C23C14/34, B23K20/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JOIS, SCIENCE DIRECT

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|--|------------------|
| X | JP 07-062528 A (株式会社東芝) 1995. 03. 07, | 1-6 |
| Y | 特許請求の範囲, (ファミリーなし) | 1-11 |
| Y | JP 11-061393 A (田中貴金属工業株式会社) 1999. 03. 05, | 1-11 |
| | 特許請求の範囲, (ファミリーなし) | |
| Y | JP 04-333565 A (三菱マテリアル株式会社) 1992. 11. 20, | 1-11 |
| | 特許請求の範囲, (ファミリーなし) | |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02. 06. 2004

国際調査報告の発送日

22. 6. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

吉田 直裕

4G

3028

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
|-----------------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| Y | JP 11-010363 A (住友軽金属工業株式会社) 1999. 01. 19, [0006]段落, (ファミリーなし) | 1-11 |
| Y | JP 2003-025078 A (同和鋳業株式会社) 2003. 01. 28, 全文, (ファミリーなし) | 9 |
| Y | JP 11-315373 A (株式会社神戸製鋼所) 1999. 11. 16, 特許請求の範囲 | 10 |
| A | JP 09-508073 A (サウエルディング インツェイチュート) 1997. 08. 19, 全文, & EP 752926 B1, & US 5813592 A | 1-11 |
| A | JP 07-505090 A (サウエルディング インツェイチュート) 1995. 06. 08, 全文, & EP 615480 B1, & US 5460317 A | 1-11 |
| A | JP 2002-248584 A (株式会社日立製作所) 2002. 09. 03, 全文, (ファミリーなし) | 1-11 |
| A | G. LIU, et al., Microstructural aspects of the friction- stir welding of 6061-T6 aluminum, SCRIPTA MATERIALIA, 1997, Vol. 37, No. 3, p. 355-361 | 1-11 |
| A | C. G. RHODES, et al., Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum, SCRIPTA MATERIALIA, 1997, Vol. 36, No. 1, p. 69-75 | 1-11 |